

LIQUID CONTAINER

Patent number: JP7125738
Publication date: 1995-05-16
Inventor: YAMAMOTO KOJI; SHICHIJO YOSHIKO
Applicant: MITSUBISHI CHEM CORP
Classification:
- international: **A61J1/10; B65D1/08; B65D1/09; A61J1/10; B65D1/08; B65D1/09;** (IPC1-7): B65D1/08; A61J1/10
- european:
Application number: JP19930156704 19930628
Priority number(s): JP19930156704 19930628

Report a data error here

Abstract of JP7125738

PURPOSE:To obtain a medical or food liquid container which complies to the Pharmacopoeia of Japan and is excellent in transparency, heat-seal strength, heat resistance, cold resistance, flexibility at low and normal temperatures, impact resistance and elasticity. **CONSTITUTION:**A copolymer consisting of ethylene and alpha-olefin having four or more carbons manufactured by using metallocene catalyst having following natures (1) to (5) is used; (1) MFR is 0.1 to 50g/10min. (2) Density is 0.915g/cm³ or less. (3) HAZE is 30% or less. (4) Bend elastic modulus (flexibility) specified by ASTM D747 is 2500kg/cm² or less. (5) Residue by ignition residue test of the Pharmacopoeia of Japan is 0.1wt.% or less.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-125738

(43)公開日 平成7年(1995)5月16日

(51)IntCl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 6 5 D 1/08				
A 6 1 J 1/10			A 6 1 J 1/ 00	3 3 0

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平5-156704

(22)出願日 平成5年(1993)6月28日

(71)出願人 000006057

三菱油化株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72)発明者 山本 孝二

三重県四日市市東邦町1番地 三菱油化株式会社四日市総合研究所内

(72)発明者 七條 佳子

三重県四日市市東邦町1番地 三菱油化株式会社四日市総合研究所内

(74)代理人 弁理士 曾我 道照 (外6名)

(54)【発明の名称】 液体用容器

(57)【要約】

【目的】 日本薬局方に適合し、透明性、ヒートシール強度、耐熱性、耐寒性、低温、常温時柔軟性、耐衝撃性、耐屈曲性等に優れた、医療用または食品用液体用容器の提供。

【構成】 下記(1)～(4)の性状を有するメタロセン触媒を用いて製造した、エチレンと炭素数4以上の α -オレフィンとの共重合体を使用する。

(1) M F Rが0.1～50 g/10分

(2) 密度が0.915 g/cm³以下

(3) H A Z Eが30%以下

(4) A S T M D 7 4 7による曲げ弾性率(柔軟性)が2500 kg/cm²以下

(5) 日本薬局方 強熱残分試験法による残分が0.1重量%以下

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記(1)～(4)の性状を有するメタロセン触媒を用いて製造した、エチレンと炭素数4以上の α -オレフィンとの共重合体を成形してなることを特徴とする液体用容器。

(1) メルトフローレート(MFR)が0.1～50 g/10分

(2) 密度が0.915 g/cm³以下

(3) ヘイズ(HAZE)が30%以下

(4) ASTM D747による曲げ弾性率(柔軟性)が2500 kg/cm²以下

(5) 日本薬局方に規定の強熱残分試験法による残分が0.1重量%以下

【請求項2】 下記成分A及び成分Bを含有し、且つ(a)～(d)の性状を有する組成物を成形してなることを特徴とする液体用容器。

(a) メルトフローレート(MFR)が0.1～30 g/10分

(b) ヘイズ(HAZE)が50%以下

(c) 日本薬局方に規定の強熱残分試験法による残分が0.1重量%以下

(d) メルトテンション(MT)が1.0 g以上

成形A：下記(1)～(5)の性状を有するメタロセン触媒を用いて製造した、エチレンと炭素数4以上の α -オレフィンとの共重合体 50～99重量%、

(1) メルトフローレート(MFR)が0.1～50 g/10分

(2) 密度が0.915 g/cm³以下

(3) ヘイズ(HAZE)が30%以下

(4) ASTM D747による曲げ弾性率(柔軟性)が2500 kg/cm²以下

(5) 日本薬局方に規定の強熱残分試験法による残分が0.1重量%以下

成分B：下記(1)～(4)の性状を有するエチレン系重合体 1～50重量%

(1) メルトフローレート(MFR)が0.1～20 g/10分

(2) 密度が0.88～0.935 g/cm³

(3) メモリーエフェクト(ME)が1.3以上

(4) メルトテンション(MT)が1.0 g以上

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は液体用容器に関する。詳しくは、日本薬局方に適合し、透明性、ヒートシール強度、耐熱性、耐寒性、低温、常温時柔軟性、耐衝撃性、耐屈曲性等に優れた、輸液、血液等を入れる医療用液体用あるいは各種飲料等の食品用液体用容器に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 医療用液体を保存、収容する為の容器材

料としては、従来はガラスが大量に使用されてきた。これに代わる材料として、プラスチック容器が登場し、現在、点滴剤、内服液剤、血液バッグ、輸血セット、輸液用注射液等の容器材料として使用されている。このプラスチック容器の材料は従来、ポリ塩化ビニルが代表的な例であり、日本薬局方にその容器の規定が設けられている。このポリ塩化ビニルは、柔軟性を付与するために添加される可塑剤などの添加成分を多量に含むため、これらが内容液剤、血液等へ溶出するなどの問題があった。これらの問題を解決するために、エチレン・酢酸ビニル共重合体を使用した輸液バッグの開発がなされたが、この場合、強度が不足するために、電子線架橋の設備などが必要となり、コストが高くなってしまったために改良が要求されていた。その後開発された超低密度ポリエチレンは、強度は改善されるがフィルム表面のベタつきが多くなってしまい、実用には供し難い面があった。同様に、食品用の分野においても安全・衛生面の要求を満たし、諸物性に優れた材料を用いた液体用容器の出現が望まれていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、上記問題点を解決し、日本薬局方に適合し、透明性、ヒートシール強度、耐熱性、耐寒性、低温、常温時柔軟性、耐衝撃性、耐屈曲性等に優れた液体用容器を得ることにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、特定のエチレン・ α -オレフィン共重合体を使用することにより本発明の目的が解決されることを見だし、本発明を完成した。即ち、本発明は、下記の(1)～(4)の性状を有するメタロセン触媒を用いて製造した、エチレンと炭素数4以上の α -オレフィンとの共重合体を成形してなることを特徴とする液体用容器である。

(1) メルトフローレート(MFR)が0.1～50 g/10分

(2) 密度が0.915 g/cm³以下

(3) ヘイズ(HAZE)が30%以下

(4) ASTM D747による曲げ弾性率(柔軟性)が2500 kg/cm²以下

(5) 日本薬局方に規定の強熱残分試験法による残分が0.1重量%以下

【0005】 また、本発明は、以下に示す成分A及び成分Bを含有し、且つ下記(a)～(b)の性状を有する組成物を成形してなることを特徴とする液体用容器をも提供するものである。

(a) メルトフローレート(MFR)が0.1～30 g/10分

(b) ヘイズ(HAZE)が50%以下

(c) 日本薬局方に規定の強熱残分試験法による残分が

0.1重量%以下

(d) メルトテンション(MT)が1.0g以上

成形A: 下記(1)~(5)の性状を有するメタロセン触媒を用いて製造した、エチレンと炭素数4以上の α -オレフィンとの共重合体 50~99重量%、

(1) メルトフローレート(MFR)が0.1~50g/10分

(2) 密度が0.915g/cm³以下

(3) ヘイズ(HAZE)が30%以下

(4) ASTM D747による曲げ弾性率(柔軟性)が2500kg/cm²以下

(5) 日本薬局方に規定の強熱残分試験法による残分が0.1重量%以下

成分B: 下記(1)~(4)の性状を有するエチレン系重合体 1~50重量%

(1) メルトフローレート(MFR)が0.1~20g/10分

(2) 密度が0.88~0.935g/cm³

(3) メモリーエフェクト(ME)が1.3以上

(4) メルトテンション(MT)が1.0g以上

【0006】

【発明の具体的な説明】

[1] 構成成分

(1) エチレン・ α -オレフィン共重合体(成分A)

(a) 性状

本発明の液体用容器の材料として用いるエチレン・ α -オレフィン共重合体は、以下の物性を有することが重要である。

① メルトフローレート(MFR)

該共重合体のMFRは、0.1~50g/10分、好ましくは0.5~30g/10分、特に好ましくは1~15g/10分である。MFRが高すぎると、低温での強度が不足し好ましくない。MFRが低すぎると、押出が困難となるので好ましくない。

【0007】② 密度

該共重合体の密度は、0.915g/cm³以下、好ましくは0.910g/cm³以下、特に好ましくは0.905g/cm³以下である。密度が高すぎると透明性、柔軟性が劣ってくるため好ましくない。

【0008】③ ヘイズ(HAZE)

該共重合体は、圧縮成形(プレス成形: JIS K6760の試験片の作成に準拠)にて、厚さ2mmのプレスシートを成形し、JIS K7105によるHAZEを測定したときの値が30%以下、好ましくは20%以下、特に好ましくは15%以下である。HAZEが上記範囲よりも大きいと、成形後の容器の透視度が劣り好ましくない。

【0009】④ 柔軟性

該共重合体は、ASTM D747による曲げ弾性率が2500kg/cm²以下、好ましくは2000kg/cm²以下

下、特に好ましくは1000kg/cm²以下である。曲げ弾性率が大きいと柔軟性、耐屈曲性などが劣り好ましくない。

【0010】⑤ 強熱試験による残分

該共重合体は、日本薬局方に規定されている強熱残分試験法による残分が0.1重量%以下である。

【0011】さらに、該共重合体は、下記の測定方法で与えられる温度上昇溶離分別(TREF)における溶出曲線のピークが1つ以上、好ましくは1つ存在し、主ピークの温度が100℃以下、好ましくは85℃以下、特に好ましくは75℃以下であり、該主ピークの1/2高さをHとし、1/2高さの幅をWとしたときのH/Wが1以上、好ましくは1~20、特に好ましくは1~15、最も好ましくは1~10であるものが、より好ましい。また、該共重合体は、温度上昇溶離分別(TREF)による測定で、50℃における溶出量が下記条件を満たすことが好ましい。

1) 密度(D)が0.91g/cm³未満であるとき:
 $Y(\%) \leq -4500D + 4105$ (但し、 $Y \leq 100$)、好ましくは $Y(\%) \leq -4650D + 4238$ (但し、 $Y \leq 100$)

2) 密度(D)が0.91g/cm³以上であるとき:
 $Y(\%) \leq 10$ 、好ましくは、 $Y(\%) \leq 7$

【0012】温度上昇溶離分別(TREF)の測定方法

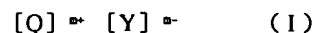
TREFの測定方法は、Journal of Applied Polymer Science, Vol.26, 2417-4231(1981)、高分子討論会予稿集 2P1C09 (昭和63年)等の文献に記載されている原理に基づいて実施される。すなわち、まず対象とするポリエチレンを溶媒中で一度完全に融解する。その後冷却し、不活性担体表面に薄いポリマー相を形成させる。次に温度を連続または階段状に昇温する事により、まず、低温度では対象ポリエチレン組成中の非晶部分、すなわち、ポリエチレンの持つ短鎖分岐の分岐度の多いものから溶出する。溶出温度が上昇すると共に、徐々に分岐度の少ないものが溶出し、ついには分岐の無い直鎖状の部分が溶出し、測定は終了する。この各温度での溶出成分の濃度を検出し、その溶出量と溶出温度によって描かれるグラフによって、ポリマーの組成分布を見ることが出来るものである。

【0013】(b) 共重合体の製造

本発明で使用されるエチレン・ α -オレフィン共重合体は、例えば特開昭58-19309号、同59-95292号、同60-35005号、同60-35006号、同60-35007号、同60-35008号、同60-35009号、同61-130314号、特開平3-163088号の各公報、ヨーロッパ特許出願公開第420436号明細書、及び国際公開公報WO91/04257号明細書等に記載されているメタロセン触媒、特にメタロセンとアルモキサンからなる触媒、または、例えば、国際公開公報WO92/01723号等

に開示されているようなメタロセン化合物と、以下に述べるメタロセン化合物と反応して安定なアニオンとなる化合物からなる触媒を使用して、主成分のエチレンと従成分の α -オレフィンとを共重合することにより製造することができる。

【0014】上述のメタロセン化合物と反応して安定なアニオンとなる化合物とは、カチオンとアニオンのイオン対から形成されるイオン性化合物あるいは親電子性化合物であり、メタロセン化合物と反応して安定なイオンとなつて重合活性種を形成するものである。このうち、イオン性化合物は下記式(1)で表される。



Qはイオン性化合物のカチオン成分であり、カルボニウムカチオン、トロピリウムカチオン、アンモニウムカチオン、オキソニウムカチオン、スルホニウムカチオン、ホスホニウムカチオン等が挙げられ、更には、それ自身が還元され易い金属の陽イオンや有機金属の陽イオンなども挙げられる。これらのカチオンは特表平1-501950号公報などに開示されているようなプロトンを与えることができるカチオンだけでなく、プロトンを与えないカチオンでも良い。これらのカチオンの具体例としては、トリフェニルカルボニウム、ジフェニルカルボニウム、シクロヘプタトリエニウム、インデニウム、トリエチルアンモニウム、トリプロピルアンモニウム、トリブチルアンモニウム、N、N-ジメチルアニリニウム、ジプロピルアンモニウム、ジシクロヘキシルアンモニウム、トリフェニルホスホニウム、トリメチルホスホニウム、トリ(ジメチルフェニル)ホスホニウム、トリ(メチルフェニル)ホスホニウム、トリフェニルスルホニウム、トリフェニルオキソニウム、トリエチルオキソニウム、ピリリウム、また、銀イオン、金イオン、白金イオン、パラジウムイオン、水銀イオン、フェロセニウムイオンなどが挙げられる。

【0015】また、Yはイオン性化合物のアニオン成分であり、メタロセン化合物と反応して安定なアニオンとなる成分であつて、有機ホウ素化合物アニオン、有機アルミニウム化合物アニオン、有機ガリウム化合物アニオン、有機リン化合物アニオン、有機ヒ素化合物アニオン、有機アンチモン化合物アニオンなどが挙げられ、具体的にはテトラフェニルホウ素、テトラキス(3, 4, 5-トリフルオロフェニル)ホウ素、テトラキス(3, 5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル)ホウ素、テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ホウ素、テトラフェニルアルミニウム、テトラキス(3, 4, 5-トリフルオロフェニル)アルミニウム、テトラキス(3, 5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル)アルミニウム、テトラキス(3, 5-ジ(t-ブチル)フェニル)アルミニウム、テトラキス(ペンタフルオロフェニル)アルミニウム、テトラフェニルガリウム、テトラキス(3, 4, 5-トリフルオロフェニル)ガリウム、テトラキス

(3, 5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル)ガリウム、テトラキス(3, 5-ジ(t-ブチル)フェニル)ガリウム、テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ガリウム、テトラフェニルリン、テトラキス(ペンタフルオロフェニル)リン、テトラフェニルヒ素、テトラキス(ペンタフルオロフェニル)ヒ素、テトラフェニルアンチモン、テトラキス(ペンタフルオロフェニル)アンチモン、デカボレート、ウンデカボレート、カルバドデカボレート、デカクロロデカボレート等が挙げられる。また、親電子性化合物としては、ルイス酸化合物として知られるもののうち、メタロセン化合物と反応して安定なアニオンとなつて重合活性種を形成する物であり、種々のハロゲン化金属化合物や固定酸として知られている金属酸化物などが挙げられる。具体的には、ハロゲン化マグネシウムやルイス酸性無機酸化物などが例示される。

【0016】エチレンと α -オレフィンとを共重合させる方法としては、気相法、スラリー法、溶液法、高圧イオン重合法等を挙げることができる。これらの中では、溶液法、高圧イオン重合法が好ましく、本発明の効果が大きく発揮される点で高圧イオン重合法が特に好ましい。なお、この高圧イオン重合法とは、特開昭56-18607号、特開昭58-225106号各公報に記載されている、圧力が200kg/cm²以上、好ましくは300~2000kg/cm²、温度が125℃以上、好ましくは130~250℃、特に好ましくは150~200℃の反応条件下にて行われるエチレン系重合体の連続的製造法である。

【0017】エチレンと共重合される α -オレフィンは、炭素数4以上の α -オレフィンであり、例えば、1-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、1-オクテン、1-ヘプテン、4-メチルペンテン-1、4-メチルヘキセン-1、4,4-ジメチルペンテン-1、オクタデセン等が挙げられる。これらの中で好ましくは炭素数4~18、特に好ましくは炭素数4~12、最も好ましくは炭素数6~10の1種又は2種以上の α -オレフィン2~60重量%、好ましくは5~50重量%、特に好ましくは10~30重量%と、エチレン40~98重量%、好ましくは50~95重量%、特に好ましくは70~90重量%とを共重合させるのが好ましい。

【0018】(2) エチレン系重合体(成分B)

(a) 性状

本発明で使用される樹脂組成物の構成成分の1つであるエチレン系重合体は、以下の物性を示すことが重要である。

① MFR

該エチレン系重合体のMFRは、0.1~20g/10分、好ましくは0.3~10g/10分、特に好ましくは0.5~5g/10分である。MFRが高すぎると、成形安定性が劣り好ましくない。MFRが低すぎると、押出が困難となり好ましくない。

② 密度

該エチレン系重合体の密度は、 $0.88 \sim 0.935 \text{ g/cm}^3$ 、好ましくは $0.90 \sim 0.93 \text{ g/cm}^3$ 、特に好ましくは $0.905 \sim 0.925 \text{ g/cm}^3$ である。密度が高すぎると、透明性、柔軟性が劣り好ましくない。密度が低すぎると、ベタつき成分が多くなり衛生上好ましくない。

③ メモリーエフェクト (ME)

該エチレン系重合体の ME は、1.3 以上、好ましくは 1.6 以上、特に好ましくは 1.8 以上、最も好ましくは 2.0 以上である。ME が小さすぎると、成形安定性が劣り好ましくない。

④ メルトテンション (MT)

該エチレン系重合体の MT は、1.0 g 以上、好ましくは 1.5 g 以上、特に好ましくは 2.5 g 以上、最も好ましくは 5 g 以上である。MT が小さすぎると、成形安定性が劣り好ましくない。

【0019】(b) 具体例

上記エチレン系重合体の具体例としては、ポリエチレン、成分 A 以外のエチレン・ α -オレフィン共重合体、高圧法低密度ポリエチレン、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・アクリル酸エステル共重合体、エチレン・ α -オレフィン・ジエン共重合体など、エチレンを基本モノマーとして重合されたものの中から、上記の性状を有するものを適宜選択することが出来るが、好ましくは高圧法低密度ポリエチレンであり、中でも好ましくは、反応温度 220°C 以上、反応圧力 1700 kg/cm^2 以下で、オートクレープ法で製造した高圧法低密度ポリエチレンを使用することが好ましい。

【0020】[2] 成分 A および成分 B 含有組成物

(1) 配合割合

上記成分 A および成分 B を含有する樹脂組成物における各成分の配合割合は、成分 A : 成分 B = $50 : 50 \sim 99 : 1$ 重量%、好ましくは $60 : 40 \sim 95 : 5$ 重量%、特に好ましくは $70 : 30 \sim 90 : 10$ 重量% である。本発明で使用する重合体成分には、一般的に用いられている補助添加成分、例えば、熱安定剤、酸化防止剤、光安定剤、紫外線吸収剤、中和剤、滑剤、アンチブロッキング剤、防曇剤、着色剤などを配合しても良い。

【0021】(2) 組成物の性状

① MFR

本発明に使用される組成物の MFR は、 $0.1 \sim 30 \text{ g/10分}$ 、好ましくは $0.5 \sim 10 \text{ g/10分}$ 、特に好ましくは $1 \sim 5 \text{ g/10分}$ である。MFR が高すぎると、耐衝撃性などが劣り好ましくない。MFR が低すぎると、成形時の押出が困難となり好ましくない。

② ヘイズ (HAZE)

該組成物の HAZE は、50% 以下、好ましくは 30% 以下、特に好ましくは 20% 以下である。HAZE が大きいと、内容物がはっきり識別できず、実用性が少なく

なり好ましくない。

③ 強熱試験による残分

該組成物は、日本薬局方に規定されている強熱残分試験法による残分が 0.1 重量% 以下である。

④ メルトテンション (MT)

該組成物の MT は、1.0 g 以上、好ましくは 1.5 g 以上、特に好ましくは 2.5 g 以上である。MT が小さすぎると、成形が不安定となり好ましくない。

【0022】[3] 液体用容器

本発明の液体用容器の成形は通常の方法で行うことができる。一般的には、空冷インフレーション成形、水冷インフレーション成形、Tダイ成形、ブロー成形等により、厚さ $30 \sim 800 \mu\text{m}$ 、好ましくは $50 \sim 300 \mu\text{m}$ の液体用容器を製造するのが好ましい。例えば、エチレン・酢酸ビニル共重合体を用いた場合は、空冷インフレーション成形または水冷インフレーション成形で所定の容器を製造し、これに電子線照射を施し、当該目的の容器を得ることができる。本発明の液体用容器の具体例を挙げれば、輸液バッグ、輸液ボトル、血液輸送バッグ、血液凍結バッグ、人工透析用輸液バッグ等の医療用液体用容器や、各種飲料、濃縮飲料等の食品用液体用容器等である。

【0023】

【実施例】以下に本発明の実施例を記載し、本発明の具体的に説明する。実施例及び比較例に用いられる測定方法は次の通りである。

(1) MFR : JIS K 7210 に準拠

(2) 密度 : JIS K 7112 に準拠

(3) ME : JIS K 7210 で使用されるメルトインデクサーを使用し、測定条件はシリンダー温度 240°C 、定速押出量 3 g/分 とする。装置にサンプルを充填し、ピストンのみを乗せ、6 分後に規定の押出速度をかける。次に、エチルアルコールをいれたメスシリンダーをオリフィス直下に置き、真っ直ぐな押出し物を採取する。採取した押出物の直径 (D) をマイクロメーターで測定し、ダイスのオリフィス径を D_0 とし、次式により ME を求める。

$$ME = D / D_0$$

(4) MT : 東洋精機製キャピログラフ 1-B にて、試験温度 190°C 、押出速度 1 cm/分 で、押し出された樹脂を引き取る際の引取速度を徐々に速くして樹脂フィラメントがせん断したときの応力とする。

【0024】(5) 溶出曲線 : TREF を以下の条件にて測定を行なった。

機種 : 三菱油化製 CFC T150A

溶媒 : o-ジクロロベンゼン

流速 : 1 ml/分

測定濃度 : 4 mg/ml

注入量 : 0.4 ml

カラム : 昭和電工 AD80M/S 3本

冷却速度：1℃/分

作図、H/Wの求め方：溶出曲線の作図は、まず、各溶出温度における溶出物の重量分率を積分し、積分溶出量を求める。横軸に溶出温度、縦軸に積分溶出量をプロットし、積分溶出曲線を作成する。この積分溶出曲線を温度で微分し、微分溶出量を求める。次に横軸に溶出温度、縦軸に微分溶出量をプロットし、微分溶出曲線を作成する。この微分溶出曲線のピーク高さを1/2高さの幅で除した値H/Wとする。この微分溶出曲線の作図は、横軸を溶出温度100℃当たり89.3mm、縦軸を微分量0.1当たり76.5mmで行なった。

(6) HAZE: JIS K7105に準拠

(7) 曲げ弾性率: ASTM D747に準拠

(8) 引張弾性率: ISO R1184に準拠

(9) 強熱残分試験: 日本薬局方 一般試験法に準拠

【0025】(10) ビカット軟化点温度: JIS K7206に準拠

(11) 脆化温度: 電通研法に準拠 (ノッチ深さ: 0.3mm)

(12) 300g ヒートシール温度: 東洋精機製熱盤式ヒートシーラーにて、シール圧力2kg/cm²、シール時間1秒でヒートシールし、引張試験機にてヒートシール強度を測定する。このヒートシール強度が300g/15mm得られる温度を300g ヒートシール温度とする。

(13) DDI (ダートドロップインバクト): JIS Z1707に準拠

(14) 味、臭い官能値: フィルム1組を3方シールし、純水を充填し、トップシールしてサンプルとする。これを60℃ギヤーオープン中で24時間放置する。放置後シールを破り、純水を三角フラスコに移し、これをサンプルとして官能試験を行う。

官能値 0: 無臭 (又は無味)

1: やっと感じる

2: 感じられる (何の臭い (又は味) かわかる)

3: かなり臭う (又は味がする) (案に感じる)

4: 強く臭う (又は味がする)

5: 激しく臭う (又は味がする) (耐えられない程強い)

10人のサンプラーの官能値の平均値を求めたところ表1のとおりであった。

【0026】実施例1

(1) エチレン・ α -オレフィン共重合体の製造方法

触媒の調製は、特開昭61-130314号公報に記載された方法で実施した。すなわち、錯体エチレンビス (4, 5, 6, 7-テトラヒドロインデンル) ジルコニウムジクロライド2.0ミリモルに、東洋ストウファー製メチルアルモキサンを上記錯体に対し1000モル倍加え、トルエンで10リットルに希釈して触媒溶液を調製し、以下の方法で重合を行なった。内容積1.5リットルの攪拌式オートクレープ型連続反応器に、エチレンと1-ヘキセンとの混合物を1-ヘキセンの組成が80重量%となるように供給し、反応器内の圧力を1000kg/cm²に保ち、150℃の温度で反応を行なった。反応終了後、MFRが3.5g/10分、密度が0.900g/cm³、TREF溶出曲線のピークが1つであり、ピーク温度が57℃であり、該ピークのH/Wが3であるエチレン・1-ヘキセン共重合体を得た。

【0027】(2) エチレン系重合体の製造

エチレンを反応温度260℃、反応圧力1500kg/cm²で、オートクレープ法で重合した。反応終了後、MFRが4g/10分、密度が0.92g/cm³、MTが9.8g、MEが2.5のポリエチレンを得た。

【0028】(3) 重合体の配合、成形及びその評価

上記成分Aと成分Bを成分A:成分B=90:10重量%で配合し、40mm ϕ 単軸押出機で成形温度160℃にて造粒し、ペレット状の樹脂組成物を得た。該組成物のビカット軟化点温度、脆化温度を測定し、次いでこのペレットを用いて以下の条件でTダイフィルム成形を行い、このフィルムについて300gヒートシール強度、DDI、HAZE、引張弾性率の評価を行なった。さらに、このフィルム1組を3方シールし、内容物 (純水) を充填し、トップシールすることによりモデルサンプルを得た。これについて、味、臭いの評価を行った。評価の結果は表1に示す通りである。

(成形条件) 機種: プラコー35mm ϕ Tダイ成形機

成形温度: 250℃

フィルム厚み: 100 μ m

【0029】

【表1】

表1

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
成分A:				
触媒	タロセン	タロセン	チ-グラ-	チ-グラ-
MFR(g/10分)	3.5	3.5	2.1	2.3
密度(g/cm ³)	0.900	0.900	0.910	0.924
TREFピーク数(個)	1	1	—	—
ピーク温度(°C)	57	57	—	—
H/W	3	3	—	—
HAZE(%)	23	23	62	89
曲げ弾性率(kg/cm ²)	900	900	1700	2800
強熱残分試験(重量%)	0.03	0.03	0.15	0.12
成分B:				
MFR(g/10分)	4	—	—	—
密度(g/cm ³)	0.92	—	—	—
ME	2.5	—	—	—
MT(g)	9.8	—	—	—
配合割合:成分A/成分B	90/10	100/0	100/0	100/0
ビカット軟化点温度(°C)	88	85	92	100
脆化温度(°C)	-70以下	-70以下	-44.5	-47.5
300gヒートシール温度(°C)	76	75	104	134
DDI(kg・cm)	破れず	破れず	破れず	破れず
HAZE(%)	10	13	35	48
引張弾性率(kg/cm ²)	600	630	1000	2000
味(官能値)	1.0	1.0	2.1	3.8
臭い(官能値)	1.0	1.1	2.3	3.1

【0030】実施例2および比較例1

成分A及び成分Bとして表に示す物性のものを使用した以外は実施例1と同様に成形し、評価した。評価の結果は表1に示すとおりである。

【0031】

【発明の効果】本発明の液体用容器は、日本薬局方に適合し、透明性、ヒートシール強度、耐熱性、耐寒性、低温、常温時柔軟性、耐衝撃性、耐屈曲性等に優れるため、医療用液体用容器、あるいは食品用液体用容器等の用途に好適であり、工業上有用である。